

PURIFICATION OF (METH)ACRYLATE ESTER AND ITS PRODUCTION AND ITS PRODUCTION DEVICE

Patent Number: JP10204030
Publication date: 1998-08-04
Inventor(s): OKADA SHINJI; MURAKAMI TAKAO; MISHINA HIROYA
Applicant(s):: TOAGOSEI CO LTD
Requested Patent: ☐ JP10204030
Application Number: JP19970025981 19970124
Priority Number(s):
IPC Classification: C07C69/54 ; C07C67/08 ; C07C67/54
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for efficiently and safely purifying a (meth) acrylate ester at a low cost, to provide a method for producing the same, and further to provide a device for producing the same.

SOLUTION: This method for producing a (meth)acrylate ester comprises reacting acrylic acid or methacrylic acid with an alcohol and subsequently purifying the produced acrylate ester or methacrylate ester by a vacuum distillation method. When at least one of (a) the methacrylate ester or methacrylate ester and (b) low boiling point substrates having lower boiling points than that of the (meth)acrylate ester is distilled off, the pressure of the distillation system is reduced by the use of a steam ejector or an ejector. Therein, the steam ejector or the ejector may have two to five stages, and the distillation system may be reduced to 10-150Torr.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-204030

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月4日

(51) Int. Cl. ⁶

C07C 69/54

67/08

67/54

識別記号

庁内整理番号

F 1

C07C 69/54

67/08

67/54

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-25981

(22) 出願日 平成9年(1997) 1月24日

(71) 出願人 000003034

東亜合成株式会社

東京都港区西新橋1丁目14番1号

(72) 発明者 岡田 慎司

愛知県名古屋市昭和町17番地の23 東亜合成株式会社名古屋工場内

(72) 発明者 村上 孝雄

愛知県名古屋市昭和町17番地の23 東亜合成株式会社名古屋工場内

(72) 発明者 三品 博矢

東京都港区西新橋1丁目14番1号 東亜合成株式会社内

(74) 代理人 弁理士 小島 清路

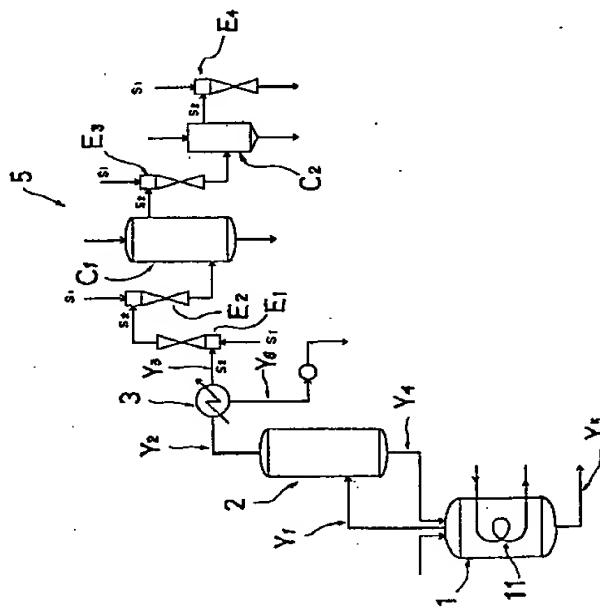
(54) 【発明の名称】 (メタ) アクリル酸エステルの精製方法及び製造方法並びにその製造装置

(57) 【要約】

【課題】 (メタ) アクリル酸エステルを効率的、且つ安全に、しかも安価に製造するための精製方法及び製造方法並びにこれに用いる製造装置を提供する。

【解決手段】 アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとを反応させ、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステルを減圧蒸留により精製して(メタ) アクリル酸エステルを製造する方法である。アクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル

(a)、及びこれよりも低沸点の低沸物(b)の少なくとも一方を留去するに際して、スチームエゼクター5又は水エゼクターを用いて減圧する。このとき、スチームエゼクター5又はエゼクターの段数を2~5段とし、10~150 Torrに減圧してもよい。また、これらの方法に用いる装置を提供する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 (メタ) アクリル酸エステルを含有する混合物を減圧蒸留するに際して、スチームエゼクター又は水エゼクターを用いて減圧することを特徴とする(メタ) アクリル酸エステルの精製方法。

【請求項2】 アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとを反応させ、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステルを減圧蒸留により精製して(メタ) アクリル酸エステルを製造する方法において、上記アクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル(a)、及びこれよりも低沸点の低沸物(b)の少なくとも一方を留去するに際して、スチームエゼクター又は水エゼクターを用いて減圧することを特徴とする(メタ) アクリル酸エステルの製造方法。

【請求項3】 上記アルコールはブチルアルコール又は2-エチルヘキシルアルコールであり、上記スチームエゼクター又は上記水エゼクターの段数は2~5段であり、10~150 Torr に減圧することを特徴とする請求項2記載の(メタ) アクリル酸エステルの製造方法。

【請求項4】 アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとを反応させ、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステルを減圧蒸留により精製して(メタ) アクリル酸エステルを製造する装置において、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル(a)、及びこれよりも低沸点の低沸物(b)の少なくとも一方の留去が行われる蒸留缶と、該蒸留缶に接続され、且つ該蒸留缶で発生する蒸気を液化するコンデンサと、

該コンデンサに接続され、上記蒸留缶を減圧する多段型スチームエゼクター又は多段型水エゼクターと、を備えることを特徴とする(メタ) アクリル酸エステルの製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、(メタ) アクリル酸エステル(以下、「アクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル」と同義として略記する場合がある。)の精製方法及び製造方法並びにその製造装置に関する。更に詳しくは、(メタ) アクリル酸エステルを効率的且つ安全に、しかも安価に製造するための精製方法、その製造方法及びこれに用いる製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 (メタ) アクリル酸エステルの製造方法として、(メタ) アクリル酸とアルコールとをエステル化させる反応が知られており、この製造方法においては、生成された(メタ) アクリル酸エステルに混ざっている不純物を取り除くため、精製プロセス(蒸留プロセス)が必要となる。そして、このプロセスとして、以下の3態様を例示できる。

【0003】 即ち、①生成物である(メタ) アクリル酸エステル又は未反応の(メタ) アクリル酸と、これらよりも沸点が低い低沸分が混在する場合には、低沸分を留去し、残渣である(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステル等を得ることとなる。また、②(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステルと、これらよりも沸点が高い高沸分が混在する場合には、(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステルを留去し、残渣である高沸分を除くこととなる。更に、③(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステルと、低沸分及び高沸分が混在する場合には、先ず、(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステル及び低沸分を留去し、残渣である高沸分を取り除く。その後、留去した(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステル及び低沸分から、更に低沸分を留去し、残渣である(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステルを得ることとなる。

【0004】 一方、(メタ) アクリル酸及び(メタ) アクリル酸エステルは、分子内に2重結合を有し、反応性に富む化合物であるため、高温で重合し易い。そして、上記精製工程において、この重合を起こした場合には、(メタ) アクリル酸エステルの収率の低下及び設備の操業トラブル(配管閉塞等)の原因となることが多い。このため、この重合を防止するため、(メタ) アクリル酸又は(メタ) アクリル酸エステルの蒸留(精製)を、高真空下で、出来るだけ温度を低くして実施するのが一般的である。これに加え、蒸留系にフェノチアジン、モノメチルエーテルハイドロキノン、ハイドロキノン等の重合防止剤を添加し、酸素含有不活性ガス(酸素が重合防止に効果があることは公知である。)を供給することが多い。そして、上記「高真空下」とするために用いられる「真空発生装置」として、往復型(ピストン型)、ルーツ型等の乾式機械的ポンプが知られている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、この種のポンプでは、その吸い込みガス中に、凝縮温度での蒸気圧分の(メタ) アクリル酸及び(メタ) アクリル酸エステルを含有することが多い。従って、このポンプの駆動部を構成する金属部品が接触して(以下、「メタルタッチ」という。)火花を発生すれば、爆発を起こす危険性を有している。そして、これを回避するために、このポンプの吸入部に対し、不活性ガスを供給して、爆発性混合ガス(以下、「爆鳴気」という。)の形成を防止することが従来から行われてきたが、その分、製造プロセスが複雑となったり、このポンプに余分な動力が要求される等の問題を生じていた。また、供給する不活性ガスの経費分だけ、(メタ) アクリル酸エステルの製造経費が上昇するという問題も生じていた。

【0006】 更に、この種のポンプでは、その内部に(メタ) アクリル酸及び(メタ) アクリル酸エステルが

暫し滞留することが多い。このため、このポンプを、耐食性に富んだ高価な素材（例えば、「SUS316」以上）を用いて作製する必要があり、ポンプの製造コスト、引いては、（メタ）アクリル酸エステル製造コストを高くすることが多い。また、この種のポンプでは、その前段側に、アクリル酸等を回収するコンデンサが設置されることが多いが、このコンデンサで回収しきれなかった（メタ）アクリル酸及び（メタ）アクリル酸エステルが凝縮重合し、ポンプの駆動部が、この凝縮重合物を噛み込み、ポンプが停止するというトラブルが発生することも多い。

【0007】一方、上記の様な「爆発の危険性」を回避するために、封液式ナッシュ型ポンプ、油封回転型真空ポンプ等の他の形式の湿式機械的ポンプを採用することもあるが、この様なポンプを用いた場合にも、上記「凝縮重合物」を原因としたトラブルを生じ易い。以上の様な事情より、上記各問題点、トラブルを生ずることなく、（メタ）アクリル酸エステルを効率的に精製又は製造するための方策の出現が望まれていた。

【0008】本発明は、上記観点に鑑みてなされたものであり、（メタ）アクリル酸エステルを効率的且つ安全に、しかも安価に精製又は製造するための方法及びこれに用いる製造装置を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本第1発明の（メタ）アクリル酸エステルの精製方法（以下、「精製方法」という。）は、（メタ）アクリル酸エステルを含有する混合物を減圧蒸留するに際して、スチームエゼクター又は水エゼクターを用いて減圧することを特徴とする。また、本第2発明の（メタ）アクリル酸エステルの製造方法（以下、「製造方法」という。）は、アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとを反応させ、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステルを減圧蒸留により精製して（メタ）アクリル酸エステルを製造する方法において、上記アクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル（a）、及びこれよりも低沸点の低沸物（b）の少なくとも一方を留去するに際して、スチームエゼクター又は水エゼクターを用いて減圧することを特徴とする。

【0010】上記「スチームエゼクター」は、高圧の駆動蒸気をノズルから噴出させ、その高圧噴流の吸引、搬送力により2次蒸気を排出することにより、これらに接続された対象物（蒸留缶等）の減圧を行う装置である。また、上記「水エゼクター」では、この「駆動蒸気」の代わりに「水」を用いる。そして、本第1発明及び第2発明では、構造が簡単で、主要部分に機械的な可動部を必要としない「スチームエゼクター又は水エゼクター」を用いるため、上記「メタルタッチ」を生じない。また、これらのエゼクターは、いずれも湿式で、各エゼクター内をスチーム又は水が常時流れているため、たと

え、上記の様な「凝縮重合物」を生じて、直ぐに、系外に排出され、目詰まり等の問題を生じ難い。

【0011】また、この様に、エゼクター内での（メタ）アクリル酸等の滞留が防止されるため、各エゼクターを耐食性の低い、比較的、安価な素材（例えば、「SUS304」）で作製してもよい。更に、図3に示す様に、多数の蒸留工程を経ながら、本発明の製造方法を実施する場合には、各蒸留工程から選ばれる任意の一の蒸留工程のみで、上記「エゼクターを利用した減圧」を行っても、二以上の蒸留工程（全ての蒸留工程であってもよい。）で、この減圧を行ってもよい。

【0012】上記「アルコール」は、脂肪族アルコール、脂環式アルコール、芳香族アルコールのいずれであってもよい。そして、この「脂肪族アルコール」としては、例えば、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、n-ヘプチルアルコール、n-オクチルアルコール、2-エチルヘキシルアルコール、イソオクチルアルコール、n-ノニルアルコール、イソノニルアルコール、ステアシルアルコール等を例示できる。但し、脂肪族アルコールとしては、炭素数が4以上のものが好ましい。炭素数が3以下である場合には、水の沸点よりも低くなり、エステル化反応の際には、水を留去することが困難になる恐れがあるからである。また、「脂環式アルコール」としては、シクロヘキシルアルコール、メチルヘキシルアルコール等を例示できる。更に、「芳香族アルコール」としては、ベンジルアルコール、メチルベンジルアルコール等を例示できる。

【0013】また、上記「アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとの反応」に際しては触媒を用いることができる。そして、この「触媒」としては、硫酸、塩酸等の鋼酸や、パラトルエンスルホン酸、メタスルホン酸等の有機酸等の様に、通常、エステル化触媒として用いられているものが例示できる。更に、この「触媒」の他に、「共沸剤」を用いることもできる。この「共沸剤」の種類は、使用するアルコールとの関係を考慮して定められる。即ち、水と共沸混合物を形成するものであり、反応原料及び生成物と反応せず、反応原料の沸点より低い温度に共沸点を有するものが好ましい。例えば、使用するアルコールが2-エチルヘキシルアルコール、n-ブタノールの場合には、イソプロピルエーテル等を用いることができ、使用するアルコールが、イソブタノールの場合には、シクロヘキサンを用いることができる。

【0014】また、上記「触媒」等の他に、所定の「重合防止剤」を併用することが好ましい。この「重合防止剤」は、従来技術において重合性液体を取り扱う際に用いられるものと同様であり、フェノチアジン等の芳香族アミン類やハイドロキノン及びその誘導体等のフェノー

ル類化合物等の重合防止剤等が挙げられる。例えば、p-ハイドロオキシ・ジフェニールアミン、N, N'-ジフェニールジアミン及び2, 5-ジ-tert.-ブチルハイドロキノン等である。更に好ましくは、ハイドロキノン、モノメチルエーテルハイドロキノン、フェノチアジン等が挙げられる。

【0015】また、この「重合防止剤」として、酸素を用いることもでき、また上記ハイドロキノン等と併用することもできる。即ち、酸素を含有する気体の雰囲気下で重合性液体を操作し、又は酸素を含有する気体を重合性液体内に導入してバブリング（曝気）することにより、酸素を重合性液体中に溶存させ、重合防止剤として用いるものである。尚、酸素を溶存させるために用いられる酸素を含有する気体は、特に限定されるものではない。但し、空気等の場合に、酸素濃度が高いと爆鳴気を形成し危険性が増大するので、酸素濃度を21容積%（空気）以下に抑えた気体であることが望ましい。また、酸素濃度が3容積%より低い場合は、酸素分圧が減少し、高い溶存酸素濃度が得にくいので、酸素濃度は3容積%以上にすることが好ましい。

【0016】本第3発明では、上記アルコールはブチルアルコール又は2-エチルヘキシルアルコールであり、上記スチームエゼクター又は上記水エゼクターの段数は2~5段であり、蒸留缶を10~150 Torrに減圧している。好ましい減圧度は、40~60 Torrである。上記アルコールをブチルアルコール又は2-エチルヘキシルアルコールとする場合、150 Torrを越える圧力に減圧しても、目的の生成物以外のものを留去する際に、運転操作温度が高くなり、（メタ）アクリル酸及び（メタ）アクリル酸エステルが重合してしまう恐れがある。一方、10 Torrを下回る圧力に減圧する場合、「スチームエゼクター又は水エゼクター」を、より頑丈で、複雑な構造とする必要が生じ、設備費、引いては（メタ）アクリル酸エステルの製造コストの高騰を招く恐れがあるからである。そして、10~150 Torrに減圧するためには、通常、スチームエゼクター又は水エゼクターの段数を2~5段とする必要あるからである。

【0017】本第4発明である（メタ）アクリル酸エステルの製造装置（以下、「製造装置」という。）は、アクリル酸若しくはメタクリル酸とアルコールとを反応させ、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステルを減圧蒸留により精製して（メタ）アクリル酸エステルを製造する装置において、生成されるアクリル酸エステル若しくはメタクリル酸エステル（a）、及びこれよりも低沸点の低沸物（b）の少なくとも一方の留去が行われる蒸留缶と、該蒸留缶に接続され、且つ該蒸留缶で発生する蒸気を液化するコンデンサと、該コンデンサに接続され、上記蒸留缶を減圧する多段型スチームエゼクター又は多段型水エゼクターと、を備えること

を特徴とする。

【0018】本第4発明は、上記第1~第3発明を実施するための装置である。また、本第4発明では、蒸留缶で発生する蒸気を液化するコンデンサを備えるため、蒸留缶で留去される蒸気をエゼクターの前段で回収できる。従って、この蒸気が、エゼクターに殆ど吸引されないため、エゼクターは効率的に蒸気缶の減圧を行うことができ、また、エゼクター内の腐食を防止することができる。

【0019】また、本製造装置が、「反応缶」、「製品回収缶」等の多数の「缶」を備える場合には、これらの「缶」から選ばれる一又は二以上の「缶」を、上記「蒸留缶」とすることができる。更に、「蒸留缶」及び「コンデンサ」の接続は、直接的になされても、間接的になされてもよい。例えば、図1に示す様に、「蒸留缶」として選択された反応缶1と、コンデンサ3とを、所定の精留塔（補助な蒸留缶と考えてもよい。）2を挟んで、間接的に接続することもできる。尚、これらの点に関しては、上記第1及び2発明を実施する場合も同様である。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明する。

（1）製造装置の概要

本製造装置は、図1に示す様に、反応缶1と、精留塔2と、凝縮器3と、真空発生装置5とを備える。また、反応缶1及び精留塔2は、所定の管Y₁を用いて接続されている。更に、精留塔2及び凝縮器3も、所定の管Y₂を用いて接続され、真空発生装置5及び凝縮器3も、所定の管Y₃を用いて接続されている。従って、反応缶1と、真空発生装置5とは、精留塔2及び凝縮器3を中間に挟んだ状態で接続されている。

【0021】上記反応缶1（容量；5m³）では、アクリル酸、2-エチルヘキシルアルコール、触媒及び共沸剤等を用いて、エステル化反応が行われる。また、この反応缶1の内部には、所定の熱源（ヒータ等）11が配置されており、この熱源11の発する熱を利用して蒸留が行われる。そして、共沸剤、反応缶1で生成されるアクリル酸2-エチルヘキシル及び水の蒸気並びに未反応のアクリル酸及び2-エチルヘキシルアルコール等の蒸気が、精留塔2へと送られる。

【0022】この精留塔2では、減圧蒸留を行うことにより、アクリル酸2-エチルヘキシルの蒸気から、アクリル酸、2-エチルヘキシルアルコール、共沸剤及び水を留去する。そして、留去されるアクリル酸、2-エチルヘキシルアルコール及び共沸剤の蒸気は、凝縮器3に送られ、凝縮され、回収される。一方、精留塔2内に残るアクリル酸2-エチルヘキシルは、所定の還流管Y₄を用いて、反応缶1に戻される。そして、反応缶1に後続する製品回収工程の側へと所定の管Y₅を用いて送ら

れる。

【0023】上記凝縮器（コンデンサ）3は、精留塔2からのアクリル酸及び2-エチルヘキシルアルコール及び共沸剤の蒸気を液化する。そして、この液体を所定の管Y₁を用いて、系外に導いて回収する。この様に、この凝縮器3が、真空発生装置5の前段で、アクリル酸2-エチルヘキシルアルコール及び共沸剤の蒸気を液化するため、真空発生装置5が、このアクリル酸2-エチルヘキシルアルコール及び共沸剤の蒸気を吸引することが、極力防止される。従って、真空発生装置5は効率的に、反応缶1、精留塔2等の減圧を行う。

【0024】上記真空発生装置5は、2段ブースタ式4段スチーム形式のスチームエゼクターである。即ち、この装置5は、4つのエゼクター（E₁～E₄）を備えるが、前方に並ぶ2つのエゼクターE₁及びE₂は、いずれもブースターエゼクターである。また、前方から2番目のエゼクターE₂と3番目のエゼクターE₃の間、及び3番目のエゼクターE₃と4番目のエゼクターE₄との間には、各々中間コンデンサC₁、C₂が配置されている。これらのエゼクターE₁～E₄は、図2に示す様な構造とされ、駆動蒸気入口81より駆動蒸気（通常1.5～15kg/cm²Gの圧力の蒸気を使用）S₁を吸引し、末広りのノズル82より噴出させる。

【0025】そして、この駆動蒸気S₁は、ノズル82の喉部821を通過するときに限界速度となる。更に、この駆動蒸気S₁は、ノズル82の末広がり部822を通過することで、圧力エネルギーを速度エネルギーに変換し、超音速流となりながら吸入室83へと噴出する。このとき、超音速流とされた駆動蒸気S₁は、吸入室83内のガスGを巻き込み、これと混合しながら、ディフユーザ85の最細部851を高速のまま通過し、ディフユーザ85の喉部852を通過するときに衝撃波を形成する。このとき、各エゼクターE₁～E₄の前段側より到達した蒸気S₁も、吸入口86を通じて吸入室83に導かれ、超音速流とされた駆動蒸気S₁に巻き込まれ、これと挙動を共にする。

【0026】そして、この衝撃波を形成することで、駆動蒸気S₁の圧力が急激に上昇し、ディフユーザ85の末広がり部853を通過する間に、この駆動蒸気S₁が持っていた速度エネルギーを圧力エネルギーに変換して行く。この駆動蒸気S₁は、上記ガスG及び蒸気S₁と共に、吐出口87より各エゼクターE₁～E₄の外部へと排出されることとなる。この結果、各エゼクターE₁～E₄が、前段側（精留塔2の側）から、ガス等を吸引することとなる。尚、本真空発生装置5が、4つのエゼクターE₁～E₄を備えるのは、10～150Torrに減圧するために、複数のエゼクターを用いることが必要であるからである。

【0027】尚、本実施の形態では、スチームエゼクターを用いているが、水エゼクターを用いてもよい。ま

た、エゼクターE₁～E₄の段数、ブースターエゼクターE₁、E₂の数等は、目的に応じて適宜、選択できる。例えば、2段ブースタ式3段エゼクタ形式、3段ブースタ式4段エゼクタ形式、2段ブースタ式4段エゼクタ形式等としてもよい。また、各中間コンデンサC₁、C₂は、エゼクターの駆動蒸気を液化して排出し、後続するエゼクター（例えば、コンデンサC₁に後続するエゼクターE₃）に、エゼクターE₁及びE₂の駆動蒸気S₁が吸入されるのを防止する。即ち、エゼクターE₃における駆動蒸気S₁の消費量の低減を図ることを主目的に用いられる。尚、本形態では、これらの中間コンデンサC₁、C₂として、バロメトリックコンデンサを用いている。このため、各中間コンデンサC₁、C₂における凝縮及び冷却の効率が高く、機内の圧力損失が小さい。また、分解、点検も容易である。但し、各中間コンデンサC₁、C₂の形式は、これに限定されるものではない。また、各コンデンサC₁、C₂の数は、本形態に示すものに限定されない。

【0028】(2) 性能試験

以上のように構成される製造装置の性能を評価するために、以下に述べる「実施試験」及び「比較試験」を行った。

①実施試験

本試験は、上記製造装置を以下の条件で稼働させ、アクリル酸2-エチルヘキシルを製造したものである。即ち、上記反応缶1に、アクリル酸2-エチルヘキシル90容量部と、アクリル酸ブチル10容量部と、0.5%（重量比）のフェノチアジン／アクリル酸2-エチルヘキシル溶液1容量部と、空気30容量部とを連続的に供給した。

【0029】これと同時に、真空発生装置5及び凝縮器3稼働させ、精留塔2及び反応缶1の内部を減圧しながら蒸留を行った。このとき、凝縮器3から、アクリル酸ブチル10容量部と、アクリル酸2-エチルヘキシル10容量部とを回収した。また、各エゼクターE₁～E₄からは、アクリル酸ブチル及びアクリル酸2-エチルヘキシルを0.05%の割合（重量比）で含む排出水が系外へと導かれた。但し、この排出水に対し単蒸留等を施せば、この排出水中の有効成分（アクリル酸ブチル及びアクリル酸2-エチルヘキシル）を回収できる。更に、反応缶1の底部から80容量部のアクリル酸2-エチルヘキシル（純度：99.7%）が、後続する製品回収工程の側へと導かれた。尚、この試験中に、精留塔2の塔頂圧は50Torrを示していた。

【0030】②比較試験

真空発生装置として、ルーツ型乾式ポンプを用いたこと、爆鳴気の形成防止のため、このポンプのサクシオン側に、120容量部の窒素を連続供給したこと以外は、「①実施試験」と同様な試験を行った。

【0031】(3) 性能評価

上記「比較試験」では、操業開始後 10 日間で、真空ポンプの可動部に、アクリル酸ブチルの凝縮重合物を噛み込み、ポンプの運転が不能となった。これに対し、「実施試験」では、操業開始後 100 日間の経過しても、全く問題無く、順調に操業を継続できた。この様に、スチームエゼクターを用いた場合、長期間の連続運転が可能となる。従って、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造効率を大きく向上させられる。

【0032】また、実施試験の場合には、上記「メタルタッチ」を無くすることができるため、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造を安全に行うことができる。更に、実施試験の場合、「比較試験」に示す「不活性ガスの供給」を行う必要がないため、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造コストの低廉化が図られる。また、各エゼクター E₁ ~ E_n 内をスチームが常時流れ、アクリル酸 2 エチルヘキシル等が滞留し難いため、真空発生装置 5 を比較的、安価な素材（例えば、「SUS304」）で作製すれば足り、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造コストが低く抑えられる。

【0033】尚、本発明においては、上記具体的な実施の形態に示すものに限らず、目的、用途に応じて本発明の範囲内で種々変更した別の実施の形態、変形的な形態、別の実施例、変形例とすることができる。即ち、図 3 に示す様に、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造過程で、実施の形態で例示した「反応工程に付随する蒸留工程」以外に、他の蒸留工程（第 2 蒸留工程等）を実施する場合には、これらの他の蒸留工程においても、上記第 1、第 4 発明を適用できる。例えば、反応工程の下流側にある「製品回収工程」に付随した「製品回収用蒸留工程」等の様に、低圧において行うことが望ましい他の蒸留工程に対しても、上記第 1、第 4 発明を適用できる。また、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造過程で実施される全蒸留工程から選ばれる 2 以上の蒸留工程において、上記第 1 ~ 第 4 発明を適用してもよい。更に、上記「反応工程に付随する蒸留工程」には、上記第 1 ~ 第 4

発明を適用せずに、上記「他の蒸留工程」から選ばれる 1 以上の蒸留工程に対して上記第 1、第 4 発明を適用してもよい。

【0034】また、本実施試験では、アクリル酸 2 エチルヘキシルの製造工程を述べたが、その他のアクリル酸エステル（例えば、アクリル酸ブチル、アクリル酸エチル、アクリル酸メチル等）や、メタクリル酸エステルの製造工程にも適用できる。更に、本実施の形態では、中間コンデンサ C₁、C₂ として、バロメトリックコンデンサを用いたが、サーフェスコンデンサ等の他の形式のコンデンサを用いてもよい。このサーフェスコンデンサを用いる場合には、冷却水が吸入気体で汚されることがないため、冷却水の循環使用が可能であると共に、凝縮液を容易に回収することができる。

【0035】

【発明の効果】以上の様に、本第 1 発明の精製方法、本第 2、第 3 発明の製造方法及び第 4 発明の製造装置によれば、（メタ）アクリル酸エステルを、効率的、且つ安全に、しかも安価に得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】発明の実施の形態で示した製造装置の一部を示す説明図である。

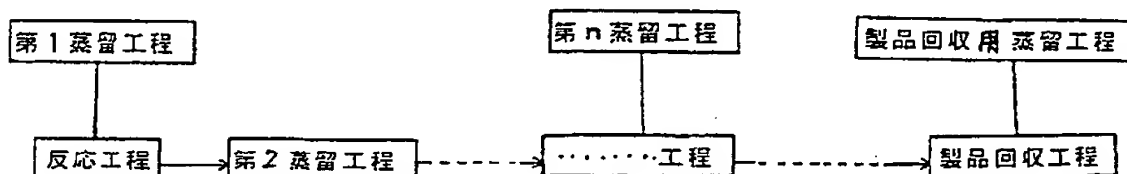
【図 2】発明の実施の形態で示した製造装置が備えるエゼクターの概略的な縦断面図である。

【図 3】発明の実施の形態の変形的な形態を説明するための説明図である。

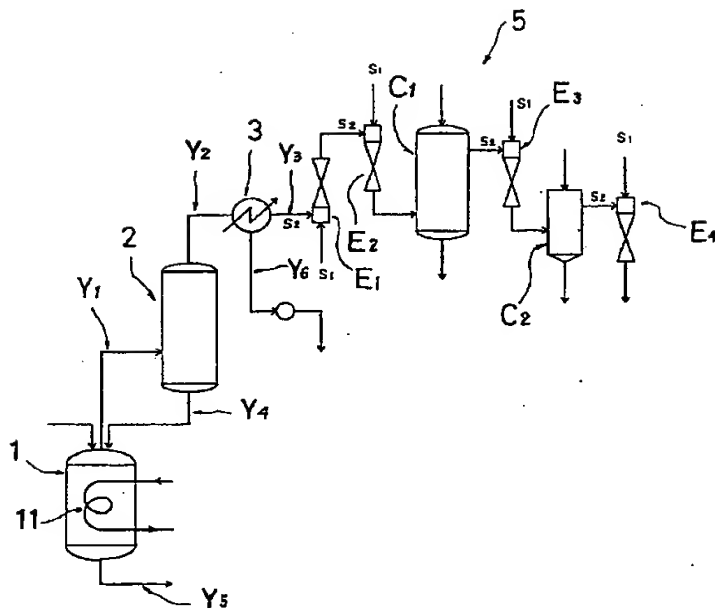
【符号の説明】

1 ; 反応缶、11 ; 熱源、2 ; 精留塔、3 ; 凝縮器、5 ; 真空発生装置、E₁ ~ E_n ; エゼクター、81 ; 駆動蒸気入口、82 ; ノズル、821 ; 喉部、822 ; 末広がり部、83 ; 吸入室、85 ; ディフューザ、851 ; 最細部、852 ; 喉部、853 ; 末広がり部、86 ; 吸入口、87 ; 吐出口、C₁、C₂ ; 中間コンデンサ、Y₁ ~ Y_n ; 管、S₁ ; 駆動蒸気、G ; ガス、S₂ ; 蒸気。

【図 3】



【図 1】



【図 2】

